



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 100 36 633 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**B 01 J 19/00**  
G 01 N 37/00  
C 07 B 61/00  
C 08 F 2/00

⑳ Aktenzeichen: 100 36 633.3  
㉑ Anmeldetag: 27. 7. 2000  
㉒ Offenlegungstag: 14. 3. 2002

**DE 100 36 633 A 1**

㉑ **Anmelder:**  
hte AG, the high throughput experimentation co.,  
69123 Heidelberg, DE

㉒ **Vertreter:**  
Patent- und Rechtsanwälte Bardehle, Pagenberg,  
Dost, Altenburg, Geissler, Isenbruck, 81679  
München

㉓ **Erfinder:**  
Haas, Alfred, 69214 Eppelheim, DE; Schunk,  
Stephan Andreas, 69115 Heidelberg, DE; Demuth,  
Dirk, 69226 Nußloch, DE; Strehlau, Wolfgang,  
69221 Dossenheim, DE; Brenner, Armin, 55288  
Spiesheim, DE; Stichert, Wolfram, 69124  
Heidelberg, DE

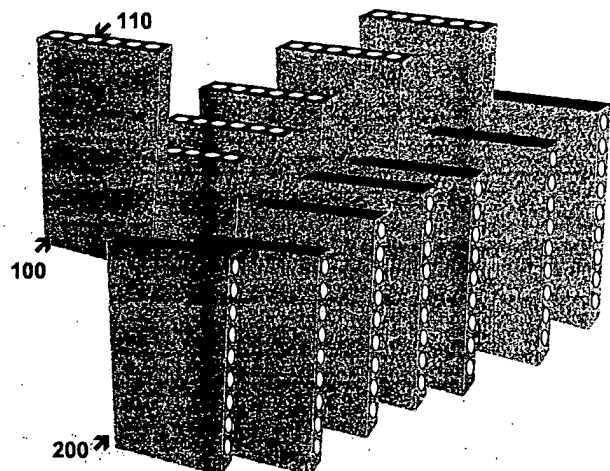
㉔ **Entgegenhaltungen:**

DE	199 17 398 A1
DE	199 17 330 A1
DE	197 54 012 A1
US	58 11 062 A
US	55 34 328 A
WO	99 64 160 A1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ㉕ **Anordnung zur parallelen Testung von Materialien**
- ㉖ Die vorliegende Erfindung betrifft eine Anordnung, insbesondere zur parallelen Testung einer Mehrzahl von Bausteinen einer Materialbibliothek auf Performance-Eigenschaften, wobei die Anordnung einen Block mit mindestens einem Reaktionsmodul und mindestens zwei Temperiermodulen aufweist.



**DE 100 36 633 A 1**

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Anordnung, bevorzugt auf einen Reaktor, insbesondere auf ein rohrbündelanalogen Reaktorsystem, sowie ein Verfahren zur Testung von Materialien auf Performance-Eigenschaften unter Verwendung dieser Anordnung.

[0002] Der erfindungsgemäße Reaktor kann nicht nur als Testreaktor, sondern auch zur Produktion von Substanzen mit Performance-Eigenschaften (Wertprodukten) bzw. großtechnische Anwendungen, wie z. B. Abgasreinigung und Chemikalienproduktion, eingesetzt werden.

[0003] Für Anordnungen, wie z. B. technische Reaktoren hat die optimale Temperaturführung bei vielen Anwendungen, wie z. B. bei heterogenkatalytischen Reaktionen, eine große Bedeutung für Umsatz, Selektivität und Raum-Zeit-Ausbeute einer bestimmten Reaktion.

[0004] Die exakte und optimale Temperaturführung spielt besonders bei stark endo- als auch bei stark exothermen Prozessen eine entscheidende Rolle für die oben genannten für die Reaktion charakteristischen Größen. Demgegenüber findet eine Temperierung bei thermoneutralen Prozessen lediglich zur Aufrechterhaltung isothermer Bedingungen statt, und zwar zur Aufrechterhaltung einer bestimmten Reaktionstemperatur oder der Einstellung eines bestimmten zeitlichen oder örtlichen Temperaturverlaufes.

[0005] Solche Maßnahmen zur Temperaturlenkung sind unter anderem einerseits die direkte Heizung oder Kühlung durch Zugabe von Reaktionskomponenten (a) und andererseits Wärmeaustausch durch Wärmezu- oder abführung durch Wärmetauscherflächen, z. B. Kühl- oder Heizspiralen (b) sowie Zirkulation der ganzen oder eines Teiles der Reaktionsmischung durch einen äußeren, vom Reaktionsapparat getrennten Wärmetauscher (c).

[0006] Für eine Reihe von Anwendungen ist es allerdings nicht nur interessant, isotherme oder adiabatische Reaktionsführung anzustreben, sondern ein bestimmtes Temperaturprofil, das sich bei gewöhnlicher adiabatischer Reaktionsführung nicht ausprägen würde, auf den Reaktor aufzuprägen. Dies ist u. a. bei der Testung von Heterogenkatalysatoren der Fall.

[0007] Derzeit sind drei Varianten von rohrbündelreaktoranalogen Testreaktoren zum hoch parallelisierten Testen von Heterogenkatalysatoren unter verfahrenstechnisch relevanten Bedingungen bekannt, nämlich erstens keramische Monolithe mit Außenheizung, zweitens keramische Module mit Außenheizung, und drittens metallische Monolithe mit Innen- bzw. Außenheizung.

[0008] Keramische Monolithe mit Außenheizung sind beispielsweise in der WO 97/32208 offenbart. Die unterschiedlichen Zellen eines keramischen Monolithen sind mit potentiell katalytisch aktiven Substanzen beschichtet und werden mit einem Gasgemisch durchströmt. Im Abstrom des Monolithen wird der Gasstrom mittels einer verfahrbaren Kapillare in den einzelnen Zellen auf gewünschte Zielprodukte untersucht. Der Monolith wird von außen geheizt; er ist hierzu z. B. in einem geheizten Metallmantel eingelassen oder wird in einem herkömmlichen Ofen betrieben.

[0009] Die zweite Variante aus keramischen Modulen mit Außenheizung ist beispielsweise in der WO 99/19724 offenbart. Bei diesem Reaktortyp ist der zuvor beschriebene keramische Monolith durch keramische Module mit einer Vielzahl von Kanälen ersetzt. Diese keramischen Module können in der Mitte längs der Kanalrichtung auseinandergenommen werden, was eine vereinfachte Befüllung der einzelnen Kanäle mit Katalysator ermöglicht.

[0010] Ein metallischer Monolith mit Innen- bzw. Außenheizung gemäß der dritten Variante ist in DE-A 198 09 477

offenbart. Demnach wird ein metallischer Monolith bzw. Rohrreaktor, bei dem in die einzelnen Röhren innerhalb des Monolithen potentielle Aktivmassen eingefüllt sind, mit einem Reaktionsgasgemisch durchströmt. Eine Querdiffusion von Reaktanden in einen anderen Kanal ist durch die Verwendung von Metall als Reaktionsgefäß ausgeschlossen.

[0011] Die Produktgasgemische können an den unterschiedlichen Röhren entweder mittels einer verfahrbaren Kapillare oder eines adressierbaren Ventilsystems analysiert werden. Vorteil gegenüber dem keramischen Monolithen sind die einfach kontrollierbaren Flüsse durch die einzelnen Reaktorrohre und die gleichmäßige und gut kontrollierbare Beheizung des Reaktors. Es kann daher auf eine Vorheizung der Reaktionsgase verzichtet werden, ohne dabei Gefahr zu laufen, unterschiedliche Temperaturen in den verschiedenen Rohren zu bekommen.

[0012] Der metallische Monolith bietet gegenüber dem keramischen Monolithen auch den großen Vorteil, daß hier neben beschichteten Keramiken, die einfach in die Röhren eingefügt werden können auch Pulver als Aktivmassen getestet werden können.

[0013] Ein weiterer Festbettreaktor zur parallelen Testung von Mitgliedern einer Materialbibliothek wird in der WO 99/64160 beschrieben. Dieser Reaktor weist eine Vielzahl von Auffangeinrichtungen für die zu untersuchenden Mitglieder auf und ist insbesondere dadurch gekennzeichnet, daß er mehrere Flußrestriktionseinrichtungen zur Steuerung des Flusses innerhalb des Reaktors aufweist.

[0014] Keine der nach dem Stand der Technik beschriebenen Reaktorvarianten löst das Problem, ein definiertes Temperaturprofil aufzuprägen.

[0015] Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine verbesserte Anordnung bereitzustellen, die u. a. dazu geeignet ist, die Testung von Bausteine einer Materialbibliothek unter Aufprägung eines beliebigen vorbestimmten, vorzugsweise genau definierten Temperaturprofils zu erzeugen und während der Testung aufrechtzuerhalten.

[0016] Diese und weitere Aufgaben werden erfindungsgemäß gelöst durch eine Anordnung, insbesondere zur parallelen Testung einer Mehrzahl von Bausteinen einer Materialbibliothek auf Performance-Eigenschaften, wobei die Anordnung einen Block mit mindestens einem Reaktionsmodul und mindestens zwei Temperiermodulen aufweist. Weitere Aspekte und Vorteile ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen, der nachfolgenden Beschreibung und den Zeichnungen. Der Begriff "Materialbibliothek" bezeichnet dabei eine Ansammlung mindestens zweier, vorzugsweise bis zu zehn, weiter bevorzugt bis zu hundert, insbesondere bis zu tausend und weiter bevorzugt bis zu einhunderttausend Bausteinen, die sich innerhalb des erfindungsgemäß verwendeten Blocks in mindestens zwei verschiedenen, voneinander getrennten Abschnitten innerhalb des Blocks befinden.

[0017] Der hierin verwendete Begriff "Baustein einer Materialbibliothek" umfaßt nicht-gasförmige Substanzen, wie zum Beispiel Feststoffe, Flüssigkeiten, Sole, Gele, wachsartige Substanzen oder Substanzmischungen, Dispersionen, Emulsionen, Suspensionen und Feststoffe, besonders bevorzugt Feststoffe. Dabei kann es sich bei den Bausteinen um molekulare und nicht-molekulare chemische Verbindungen bzw. Formulierungen, bzw. Gemische bzw. Materialien handeln, wobei der Begriff "nicht-molekular" Bausteine definiert, die kontinuierlich optimiert bzw. verändert werden können, im Gegensatz zu "molekularen" Bausteinen, deren strukturelle Ausprägung sich lediglich über eine Variation von diskreten Zuständen, also beispielsweise der Variation eines Substitutionsmusters, verändern lassen. Die Bausteine befinden sich in jeweils voneinander getrennten Abschnitten

des Reaktionsmoduls und können aus einer oder mehreren chemischen Komponenten bestehen.

[0018] Die zu testenden Bausteine in den einzelnen Reaktionskanälen können untereinander gleich oder verschieden sein, wobei letzteres bevorzugt ist. Bei einer Optimierung von Test- bzw. Reaktions- bzw. Produktions- oder Verfahrensparametern für einen bestimmten Test, eine bestimmte Reaktion oder eine bestimmte Produktion ist es jedoch auch gut möglich, daß mehrere identische oder ausschliesslich identische Substanzen während einer Testung auf ihre Performance-Eigenschaften hin getestet werden.

[0019] Vorzugsweise werden als zu testende Bausteine folgende Klassen von Substanzen/Materialien getestet: Heterogene oder heterogenisierte Katalysatoren, Luminophore, elektro-optische, supraleitende oder magnetische Substanzen, oder Gemische aus zwei oder mehr davon; insbesondere intermetallische Verbindungen, Oxide, Oxidmischungen, Mischoxide, ionische oder kovalente Verbindungen von Metallen und/oder Nichtmetallen, Metalllegierungen, Keramiken, organometallische Verbindungen und Verbundmaterialien, Dielektrika, Thermoelektrika, magnetoresistive und magnetooptische Materialien, organischen Verbindungen, Enzyme, pharmazeutische Wirkstoffe, Substanzen für Nahrungs- und Nahrungsergänzungsmittel, Futter- und Futterergänzungsmittel und Kosmetika und Gemische aus zwei oder mehr Oxiden.

[0020] Unter dem Begriff "Performance-Eigenschaften" werden die mit der erfindungsgemäßen Anordnung meßbaren Eigenschaften der Bausteine verstanden. Dieser Begriff umfaßt – je nach Art der Testung – u. a. katalytische, elektrische, thermische, mechanische, morphologische, optische, und magnetische Eigenschaften der getesteten Substanzen, wobei auch zwei oder mehr Performance-Eigenschaften getestet werden können.

[0021] Vorzugsweise stellt die Anordnung einen Reaktor, weiter bevorzugt ein rohrbündelanalogen Reaktorsystem dar. Die erfindungsgemäße Anordnung erlaubt die simultane oder sequentielle Testung einer Mehrzahl von Substanzen auf deren Performance-Eigenschaften, wobei die Testparameter, d. h. die eine oder mehrere Größe, die die Art und Bedingungen der Testung festlegen, wie z. B. Druck, Temperatur, etc. frei gewählt werden können.

[0022] Die Anordnung umfaßt einen Block. Dessen äußere Gestalt unterliegt keinerlei Beschränkungen und kann die Form eines Quaders, eines Kubus, eines Zylinders oder eines Prismas aufweisen. Der Block weist eine Unterteilung in Temperier- und Reaktionsmodul(e) auf. Diese Temperier- und Reaktionsmodule sind miteinander vorzugsweise nicht fest verbunden, sondern können individuell frei ausgetauscht, entnommen und neu kombiniert werden. Vorzugsweise sind die Reaktionsmodule und die Temperiermodule scheibenförmig ausgebildet. Die Summe der Anzahl der Temperier- und Reaktionsmodule ist nach oben hin nicht beschränkt und beträgt typischerweise 3 bis 300, wobei die Anzahl der Temperiermodule stets um mindestens 1 höher ist als die Anzahl der Reaktionsmodule.

[0023] Dabei folgt typischerweise auf jedes Reaktionsmodul ein Temperiermodul, wobei vorzugsweise beim Vorhandensein von einem Reaktionsmodul dieses von mindestens zwei Temperiermodulen seitlich begrenzt ist. Jedoch ist es auch möglich, neben den Reaktionsmodulen jeweils mindestens ein Kühl- und mindestens ein Heizmodul als Temperiermodul vorzusehen, wobei hier jeweils die Abfolge frei wählbar ist.

[0024] Bezüglich des Materials der erfindungsgemäß verwendeten Module bzw. des Blocks existieren keine besonderen Beschränkungen, solange die verwendeten Materialien den Testbedingungen standhalten, bzw. sich gegenüber

den zu testenden Substanzen inert verhalten. Vorzugsweise werden Keramiken, Metalle oder Metalllegierungen, wie z. B. Messing, Aluminium, Edelstähle, wie z. B. solche mit den Werkstoffnummern 1.4401, 1.4435, 1.4541, 1.4571, 1.4573, 1.4575, 2.4360/2.4366, 2.4615/2.4617, 2.4800/2.4810, 2.4816, 2.4851, 2.4856, 2.4858, 1.4767, 1.4401, 2.4610, 1.4765, 1.4847, 1.4301.

[0025] Innerhalb des erfindungsgemäß verwendeten Blocks können entlang der Reaktionsstrecke durch die Temperiermodule Temperaturprofile aufgeprägt werden, die sonst nur in hintereinandergeschalteten Reaktoren realisiert werden können.

[0026] Neben der eigentlichen Testeinrichtung, dem oben definierten Block, kann die erfindungsgemäße Anordnung Einrichtungen zur Zuführung der Substanzen, Einrichtungen zum Zu- und Abführen von Edukten, beispielsweise Gasen, die zur Testung der Performance-Eigenschaften dienen, und Einrichtungen zur Analyse von Produkten, die nach der Reaktion mit den zu testenden Bausteinen, beispielsweise Heterogenkatalysatoren, erhalten werden, und/oder Einrichtungen zur Analyse der Bausteine selbst nach Durchlaufen der Testung aufweisen. Ferner kann die erfindungsgemäße Anordnung auch Einrichtungen zur Datenanalyse und automatisierten Steuerung der Testung umfassen. Vorzugsweise umfaßt die Anordnung einen Führungselement oder eine oder mehrere Basisplatten, in dem der Block, bzw. die Module angeordnet sind.

[0027] Durch die modulare Bauweise kann der komplette Block einfach demontiert werden. Diese modulare Bauart erleichtert u. a. den Probenwechsel, z. B. beim Testen von Katalysatoren, und die damit verbundenen mechanischen Arbeiten erheblich.

[0028] Die erfindungsgemäße Anordnung kann unter anderem als rohrbündelanaloger Testreaktor zur hoch parallelisierten Testung von Heterogenkatalysatoren unter verfahrenstechnisch relevanten Bedingungen eingesetzt werden. Verfahrenstechnisch relevante Bedingungen, hier u. a. Druck und/oder Temperaturbereiche sowie Gasmengen und -gemische, lassen Rückschlüsse über die Leistungsfähigkeit des Katalysators unter den beabsichtigten Einsatzbedingungen zu.

[0029] Die Erfindung wird nun anhand der beigefügten Zeichnungen unter Bezugnahme auf die Verwendung der erfindungsgemäßen Anordnung zur Testung von Heterogenkatalysatoren beschrieben. Bei der Testung von Bausteinen mit anderen Performance-Eigenschaften ist das dabei gesagte analog anwendbar bzw. wird – wo dies notwendig erscheint – separat erläutert. Zur besseren Erläuterung wird teilweise auf die beiliegenden Figuren Bezug genommen, hierbei zeigen:

[0030] Fig. 1 Die Module eines Ausführungsbeispiels der Erfindung;

[0031] Fig. 2 Den Verlauf des Reaktandenstroms und des Wärmeträgerstroms durch die Reaktionsmodule bzw. die Temperiermodule gemäß des ersten Ausführungsbeispiels der Erfindung; und

[0032] Fig. 3 Ein Reaktionsmodul und ein Temperiermodul gemäß eines zweiten Ausführungsbeispiels der Erfindung.

[0033] Fig. 4 Ein Reaktionsmodul mit speziellen Innenrohren zum vereinfachten Probenwechsel.

[0034] Wie in Fig. 1 zu ersehen, umfaßt die Anordnung vorzugsweise alternierende Einheiten von Reaktionsmodulen 100 und Temperiermodulen 200; diese sitzen weiter bevorzugt auf einem (nicht gezeigten) Führungselement. Dabei folgt vorzugsweise immer ein Temperiermodul 200 auf ein Reaktionsmodul 100 und das ganze System wird vorzugsweise von zwei Temperiermodulen 200 eingerahmt, um

auch bei den äußeren Reaktionsmodulen eine homogene Temperaturkontrolle (Temperaturdifferenzen  $< 1^{\circ}\text{C}$ , vorzugsweise  $\leq 0,5^{\circ}\text{C}$ , weiter bevorzugt  $\leq 0,3^{\circ}\text{C}$ ) zu gewährleisten.

[0035] Die Reaktionsmodule 100 weisen vorzugsweise jeweils eine Vielzahl, d. h. 2 oder mehr, vorzugsweise 5 bis 100 und insbesondere 8 bis 12, jeweils in Abhängigkeit von den Abmessungen des Reaktionsmoduls, von Reaktionskanälen 110 auf, die weiter bevorzugt reihenförmig nebeneinander angeordnet sind.

[0036] Die Reaktionskanäle sind vorzugsweise rohrförmig, weiter bevorzugt durchgehend und insbesondere rohrförmig und durchgehend in dem mindestens einen Reaktionsmodul ausgebildet. Wahlweise können die Kanäle auch ein- oder beidseitig automatisch oder manuell verschlossen werden.

[0037] Die Reaktionskanäle 110 können mit den zu testenden Bausteinen entweder automatisiert oder manuell befüllt werden, wobei in Abhängigkeit von dem zu testenden Baustein auch Auffangeinrichtungen bzw. Einrichtungen zur Fixierung der Bausteine in die Reaktionskanäle eingebracht werden können bzw. sich bereits darin befinden. Darüber hinaus ist es auch möglich, die Wände der Reaktionskanäle mit den Substanzen, z. B. einer katalytisch aktiven Substanz zu beschichten.

[0038] Vorzugsweise werden die Reaktionskanäle mit beliebigen Formkörpern oder Pulvern befüllt. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können in die Reaktionskanäle 110 spezielle Innenrohre z. B. mit Katalysatorstühlen eingesetzt werden, die einen Transfer der Katalysatorproben in den Reaktorraum erleichtern.

[0039] Eine derartige Ausführungsform mit Innenrohr ist schematisch in Fig. 4 gezeigt. Wie sich aus Fig. 4 ergibt, werden die Innenrohre 120, die wie oben beschrieben ausgeführt sein können, in die Reaktionskanäle 110 des Reaktionsmoduls 100 eingeführt und können dann beispielsweise mit einer Katalysatorprobe befüllt werden.

[0040] Die Reaktionsmodule 100 können über ein Leitungssystem bzw. Kapillaren mit einem Eduktreservoir, vorzugsweise einem Fluidreservoir verbunden werden.

[0041] Vorzugsweise sind die einzelnen Reaktionskanäle des Reaktionsmoduls separat bezüglich der sie durchströmenden Edukte bzw. Gase ansteuerbar.

[0042] Bevorzugt sind Massenflußregler in den einzelnen Kapillaren vorgesehen, welche gewährleisten, daß der Fluß durch jeden Reaktionskanal 110 im Reaktionsmodul 100 individuell kontrolliert werden kann.

[0043] Ferner kann die erfindungsgemäße Anordnung Einrichtungen zur Flußkontrolle aufweisen. Beispielsweise ist eine passive, restriktive Flußkontrolle aller Reaktionskanäle dadurch möglich, indem räumlich vor den Reaktionskanälen Flußrestriktoren, wie z. B. Metallplatten mit Bohrungen und/oder Fritten vorgesehen werden, die den Fluß des einströmenden Gases kontrollieren und eine weitgehende Gleichverteilung der einströmenden Gase über die einzelnen Reaktionskanäle hinweg gewährleisten.

[0044] Ferner ist es möglich, eine derartige Einrichtung zur passiven, restriktiven Flußkontrolle hinter den Reaktionskanälen des Reaktionsmoduls vorzusehen, wobei eine derartige Einrichtung die gleiche Wirkung wie die oben beschriebene Flußkontrolle vor den Reaktionskanälen besitzt.

[0045] Als Einrichtungen zur passiven Flußkontrolle sind zu nennen: Sintermetallplatten, gesinterte Keramikfritten, gebohrte Metallplatten, geeignete Kapillaren in geeigneten Einschraubungen.

[0046] Eine individuelle, aktive restriktive Flußkontrolle, die vorzugsweise automatisiert verläuft, ist durch Vorsehen eines Regelventils, beispielsweise eines Nadelventils, vor

der Analyseeinheit möglich. Dadurch wird der Fluß in dem jeweils individuell analysierten Reaktionskanal kontrolliert.

[0047] Das mindestens eine Reaktionsmodul 100 umfasst vorzugsweise weiterhin Analysekanäle zur Probenentnahme, wobei weiter bevorzugt jedem Reaktionskanal 110 in dem mindestens einen Reaktionsmodul mindestens ein Analysekanal zugeordnet ist.

[0048] Dabei stellt der bzw. die Analysekanäle eine Verbindung zwischen dem Reaktionskanal und der Analyseeinheit dar. Typischerweise werden über die Analysekanäle der Abstrom mindestens eines Reaktionskanals vorzugsweise die Abströme aller Reaktionskanäle einer Analyseeinheit zugeführt. Typischerweise weisen die Analyseeinrichtungen wiederum Selektionseinrichtungen auf, die es ermöglichen, die individuellen Abströme jeweils einzeln durch eine geeignete Analysetechnik zu analysieren. Die gerade nicht analysierten Abströme werden dabei in einer geeigneten Auffangeinrichtung gesammelt und verworfen. Als Selektionseinrichtungen eignen sich alle dafür verwendeten herkömmlichen Einrichtungen, wie z. B. Multiportventile.

[0049] Auch der Abstrom der Testung kann individuell durch Kapillaren erfolgen. In einer besonderen Ausführungsform kann die Analyse des Abstromes mittels einer verfahrenbaren Kapillare erfolgen, wobei hier vorzugsweise über die Kapillare mittels einer geeigneten Pompeinrichtung der Abstrom oder Teile davon abgesaugt wird.

[0050] Besonders bevorzugt werden computergesteuerte, mechanisch bewegliche "Schnüffelvorrichtungen", wie sie detailliert in der WO 99/41005 beschrieben werden, eingesetzt.

[0051] Anstelle der oben beispielhaft beschriebenen Analyse von Abströmen zur Testung von katalytischen Eigenschaften als Performance-Eigenschaft von Bausteinen können selbstverständlich auch andere Performance-Eigenschaften der Bausteine, wie z. B. Struktur- oder Morphologieänderung bzw. Einflüsse von äußeren Testparametern wie z. B. Druck und Temperatur auf die zu testenden Bausteine untersucht werden. Dabei können entweder die Bausteine aus dem Reaktionsmodul entnommen und extern getestet werden. Vorzugsweise werden jedoch die Bausteine – insbesondere um weitere äußere Einflüsse auszuschließen – im Reaktionsmodul belassen und dort "in situ" analysiert. Dies kann beispielsweise durch optische Detektionsverfahren, die vorzugsweise räumlich aufgelöst durchgeführt werden können, über beispielsweise Glasfaseroptiken erfolgen.

[0052] Wie eingangs erwähnt, kann die erfindungsgemäße Anordnung nicht nur als Testreaktor, sondern auch zur Produktion von Substanzen mit Performance-Eigenschaften bzw. für großtechnische Anwendungen, wie z. B. Abgasreinigung und Chemikalienproduktion eingesetzt werden und dann selbstverständlich entsprechend ausgestaltet werden.

[0053] Bezüglich der Analysemethoden zur Bestimmung der Performance-Eigenschaften der getesteten Substanzen existieren prinzipiell keine Beschränkungen. Bei der Analyse der katalytischen Eigenschaften von Substanzen, die potentielle homogene oder heterogene Katalysatoren sind, umfassen bevorzugte Analysemethoden insbesondere Infrarot-Thermographie, vorzugsweise in Kombination mit Massenspektroskopie, Massenspektroskopie, GC, LC, HPLC, Mikro-GC, dispersive FT-IR-Spektroskopie, Ramanspektroskopie, MR, UV, UV-VIS, NMR, GC-MS, Infrarot-Thermographie/Raman-Spektroskopie, Infrarot-Thermographie/dispersive FT-IR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/dispersive FT-IR-Spektroskopie, sowie photoakustische Analyse.

[0054] Die Temperiermodule 200, vorzugsweise in Schei-

benform, weisen jeweils mindestens ein Heizelement und/oder mindestens ein Kühlelement auf. Diese sind vorzugsweise jeweils unabhängig voneinander kontrollierbar bzw. steuerbar bzw. bezüglich der Temperatur einstellbar (s. Fig. 3; Heiz- bzw. Kühlelemente (220, 230, 240, 250)). Vorzugsweise sind die jeweiligen Heizmodule in der Lage, ein vorherbestimmtes Temperaturprofil entlang der Reaktionskanäle 110 in mindestens einem, vorzugsweise in einem angrenzenden Reaktionsmodul (110) zu erzeugen. Weiter bevorzugt sind die Heiz- und/oder Kühlelemente (220, 230, 240, 250) so angeordnet, daß das vorbestimmte Temperaturprofil für alle Reaktionskanäle 110 in einem Reaktionsmodul 100 gleich erzeugt werden kann.

[0055] In einer Ausführungsform umfassen die Temperiermodule elektrische Heizelemente, wie z. B. eingeschweißte Heizdrähte. Alternativ oder zusätzlich dazu können die Temperiermodule 200 Kanäle, die mit Wärmeträgermedien wie Gasen, Flüssigkeiten, Lösungen oder Schmelzen beschickt werden, aufweisen.

[0056] Die Temperiermodule weisen hierzu bevorzugt Kanäle für ein Wärmeträgermedium auf, wobei die Kanäle gemäß eines weiteren Aspekts der Erfindung bevorzugt senkrecht zur Richtung der Reaktionskanäle (s. Fig. 1) verlaufen.

[0057] Die Temperaturregelung kann nach einem anderen Gesichtspunkt der Erfindung ebenfalls individuell auf die einzelnen Rohre oder Rohrmodule abgestimmt werden.

[0058] In der abgebildeten Ausführungsform sind die Berührungsflächen zwischen den Reaktionsmodulen 100 und den Temperiermodulen 200 planar ausgestaltet, wobei die Berührungsflächen zur Vergrößerung der Kontaktfläche auch zueinander komplementäre Reliefstrukturen, z. B. Wellen oder Prismen, aufweisen können. Hierbei sind jedoch strengere Anforderungen an die Kompatibilität der Wärmeausdehnungskoeffizienten zu stellen. Die Temperiermodule 200 weisen vorzugsweise jeweils mehrere Kanäle 210 für ein Wärmeträgermedium auf. Dabei sind die Kanäle (210) für ein Wärmeträgermedium in den Temperiermodulen vorzugsweise so angeordnet, daß sie im Block senkrecht zur Längsrichtung der Reaktionskanäle verlaufen. Dies ist in Fig. 1 gezeigt.

[0059] In der dort gezeigten Ausführungsform sind die Kanäle 210 durchgehend, wobei sie im Betrieb über (nicht gezeigte) Anschlüsse an ein Leitungssystem gekoppelt sind. Der Fluß des Wärmeträgermediums im Verhältnis zum Reaktandenstrom ist schematisch in Fig. 2 dargestellt.

[0060] In einer anderen Ausführungsform laufen die Kanäle schlangenförmig durch die Temperiermodule, so daß pro Temperiermodul nur jeweils ein Zulauf und ein Abfluß erforderlich ist.

[0061] Während sich in dem Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 1 jeweils ein Temperiermodul 200 über die gesamte Länge der Reaktionskanäle 110 erstreckt, sind die Temperiermodule des Ausführungsbeispiels gemäß Fig. 3 in Teilmodule 220, 230, 240, 250 zerlegt, welche es einfacher ermöglichen, ein Temperaturprofil aufzuprägen. Hierbei erstrecken sich die einzelnen Teilmodule jeweils nur über einen Längenschnitt der Reaktionskanäle, wobei die Kanäle für das Wärmeträgermedium wiederum senkrecht zu den Reaktionskanälen 110 verlaufen. Die Teilmodule 220, 230, 240, 250 können, wie die Temperiermodule 200, durchgehende oder schlangenförmige Kanäle aufweisen.

[0062] Ein Temperaturprofil kann beliebige Anordnungen von wärmeren und kälteren Zonen entlang eines Reaktionskanals aufweisen. Dabei ist sowohl die Anzahl der Temperaturzonen, als auch die in den jeweiligen Temperaturzonen angestrebte Temperatur fast nicht limitiert. Während beim heutigen Stand der Technik in einem separaten Reaktionsbe-

halter eine Vor/Nachheizung oder -kühlung erfolgt, kann dies bei dem hier beschriebenen Konzept in einem rohrbündelanalogen Reaktor erfolgen. Somit ist es möglich in einem rohrbündelanalogen Reaktor Reaktionen unter verschiedenen Bedingungen (Temperaturen) durchzuführen. Solche kompakten Reaktoren sind interessante Bausteine für Forschungszwecke oder als kleine, kompakte Anlagen, die bei starken Platzbeschränkungen, wie sie zum Beispiel auf Schiffen oder Bohrinseln herrschen, sinnvoll sind.

[0063] Ferner kann das mindestens eine Reaktionsmodul 100 und/oder die Temperiermodule 200 jeweils mindestens einen Temperaturfühler, insbesondere ein Thermoelement zur Temperaturkontrolle aufweisen. Der mindestens eine Temperaturfühler ist dabei vorzugsweise in dem mindestens einen Reaktionsmodul an mindestens einen Reaktionskanal angrenzend angeordnet.

[0064] Wie sich aus obigem ergibt, betrifft die vorliegende Erfindung auch ein Verfahren zur parallelen oder sequentiellen Testung von Bausteinen auf Performance-Eigenschaften, wobei die Materialien in einer erfindungsgemäßen Anordnung getestet wird, d. h. bestimmten Testungen unterzogen wird.

[0065] Dabei lassen sich im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens insbesondere die folgenden Reaktionen untersuchen bzw. katalytisch aktive Substanzen für derartige Reaktionen testen:

Beispiele geeigneter Reaktionen sind die Zersetzung von Stickoxiden, die Ammoniaksynthese, die Ammoniak-Oxidation, Oxidation von Schwefelwasserstoff zu Schwefel, Oxidation von Schwefeldioxid, Direktsynthese von Methylchlorosilanen, Ölraffination, oxidative Kopplung von Methan, Methanolsynthese, Hydrierung von Kohlenmonoxid und Kohlendioxid, Umwandlung von Methanol in Kohlenwasserstoffe, katalytische Reformierung, katalytisches Cracken und Hydrocracken, Kohlevergasung und -verflüssigung, Brennstoffzellen, heterogene Photokatalyse, Synthese von Ethern, insbesondere MTBE und TAME, Isomerisierungen, Alkylierungen, Aromatisierungen, Dehydrierungen, Hydrierungen, Hydroformylierungen, selektive bzw. partielle Oxidationen, Aminierungen, Halogenierungen, nukleophile aromatische Substitutionen, Additions- und Eliminierungsreaktionen, Dimerisierungen, Oligomerisierungen und Metathese, Polymerisationen, enantioselektive Katalyse und biokatalytische Reaktionen und zur Materialprüfung, und dabei insbesondere zur Bestimmung von Wechselwirkungen zwischen zwei oder mehr Komponenten an Oberflächen oder Substraten, insbesondere bei Composit-Materialien.

[0066] Die erfindungsgemäße Anordnung stellt durch ihre modulare Bauweise von Reaktions- und Temperierelementen eine wesentliche Verbesserung gegenüber dem Stand der Technik dar.

[0067] Durch die modulare Bauweise ist eine gute Erreichbarkeit sämtlicher Teile gewährleistet. Die gute Erreichbarkeit wird gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung durch die Aufhängung des Blocks in einen Rahmen bzw. Rack erleichtert.

[0068] Gerade beim Katalysatorwechsel ist dies von großer Bedeutung, da nur über eine gute Erreichbarkeit der einzelnen Verbindungen ein zeitsparendes automatisiertes Öffnen und Schließen der Anschlüsse gewährleistet werden kann.

[0069] Die Aufhängung in den Führungselementen/Basisplatten gewährleistet gleichzeitig eine hohe Dichte an Meß-, Regel- und Reaktionselementen auf einem sehr kleinen Raum, was große Vorteile bei Reaktoren mit einer großen Anzahl an Reaktionskanälen bietet, da so lange Wege der Gase durch die Kapillaren der Zu- und Abführung vermieden werden. Dadurch werden die Totvolumina verkleinert

und die Analysenzeiten können erheblich verkürzt werden.  
 [0070] Ein weiterer großer Vorteil besteht in der Nutzung der modularen Heizelemente. Innerhalb dieser Heizelemente können bei der Nutzung von Wärmeträgermedien sehr einfach auch Kühlstrecken implementiert werden. So kann einfach entlang eines Reaktionsrohres ein Temperaturprofil mit heißen und kälteren Abschnitten aufgeprägt werden. Gerade zur Vermeidung und Unterdrückung von Hot-Spot-Bildung kann eine solche Kühlstrecke hoch interessant sein. Durch solche kombinierte Kühl- und Heizstrecken ist eine Temperaturkontrolle mit Abweichungen  $< 0,1^{\circ}\text{C}$  möglich.

[0071] Der modulare Aufbau gewährleistet eine hohe Wartungsfreundlichkeit, der Reaktor ist einfach zu reinigen, die Katalysatoren können schnell und einfach gewechselt werden. Die Anordnung kann beispielsweise als Reaktor über einen großen Temperaturbereich präzise betrieben werden und kann für 2 oder 3 Phasenreaktionen mit heterogenen oder homogenen Katalysatoren eingesetzt werden.

[0072] Auch bei Verstopfungen von einzelnen Rohren können diese problemloser als Scheibenelement ausgetauscht werden. In einer Scheibe können fast beliebig viele Reaktionskanäle untergebracht werden. Weitere, ebenfalls notwendige Arbeiten an den modularen Heizelementen werden auch erheblich erleichtert.

#### Patentansprüche

1. Anordnung, insbesondere zur parallelen Testung einer Mehrzahl von Bausteinen einer Materialbibliothek auf Performance-Eigenschaften, wobei die Anordnung einen Block mit mindestens einem Reaktionsmodul (100) und mindestens zwei Temperiermodulen (200) aufweist.
2. Anordnung nach Anspruch 1, wobei die Reaktionsmodule (100) und die Temperiermodule (200) scheibenförmig ausgebildet sind.
3. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei das mindestens eine Reaktionsmodul (100) jeweils eine Vielzahl ( $\geq 2$ ) von Reaktionskanälen (110) aufweist.
4. Anordnung nach Anspruch 3, wobei die Reaktionskanäle (110) durchgehend in dem mindestens einen Reaktionsmodul ausgebildet sind.
5. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Reaktionskanäle (110) parallel zueinander angeordnet sind.
6. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das mindestens eine Reaktionsmodul (100) und die Temperiermodule (200) im Block alternierend angeordnet sind.
7. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperiermodule (200) jeweils mindestens ein Heizelement und/oder mindestens ein Kühlelement enthalten.
8. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperiermodule (200) jeweils mehrere unabhängig voneinander kontrollierbare Heiz- und/oder Kühlelemente (220, 230, 240, 250) aufweisen.
9. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperiermodule (200) elektrische Heizelemente aufweisen.
10. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperiermodule (200) Kanäle (210) für ein Wärmeträgermedium aufweisen.
11. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Kanäle (210) für ein Wärmeträger-

medium in den Temperiermodulen so angeordnet sind, daß sie im Block senkrecht zur Längsrichtung der Reaktionskanäle verlaufen.

12. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das mindestens eine Reaktionsmodul (100) und/oder die Temperiermodule (200) jeweils mindestens einen Temperaturfühler, insbesondere ein Thermoelement aufweist.

13. Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das mindestens eine Reaktionsmodul (100) weiterhin Analysekanäle zur Probenentnahme umfasst.

14. Verfahren zur parallelen Testung von Bausteinen von Materialbibliotheken auf Performance-Eigenschaften, wobei die Bausteine in einer Anordnung nach einem der vorhergehenden Ansprüche getestet werden.

---

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

---

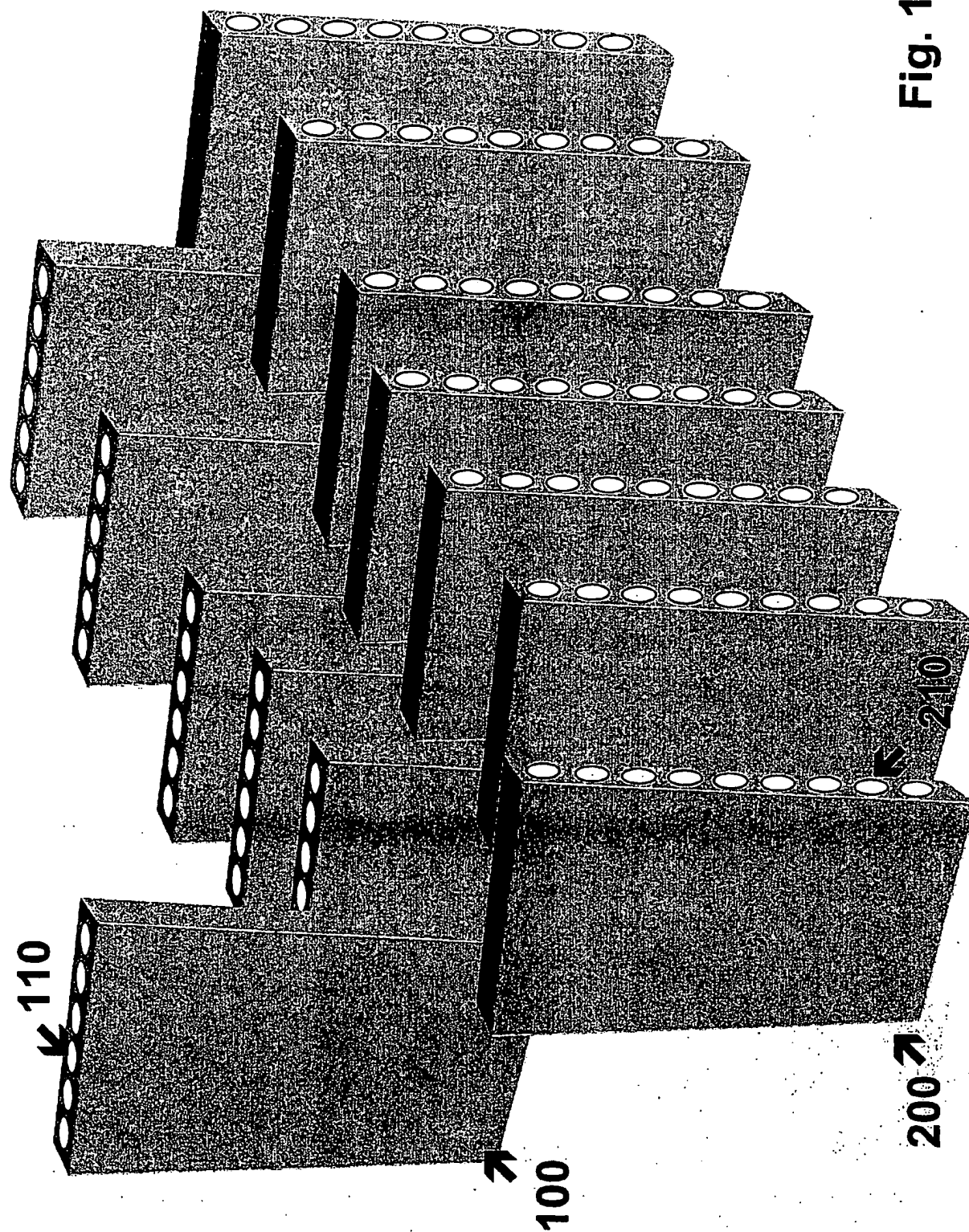


Fig. 1



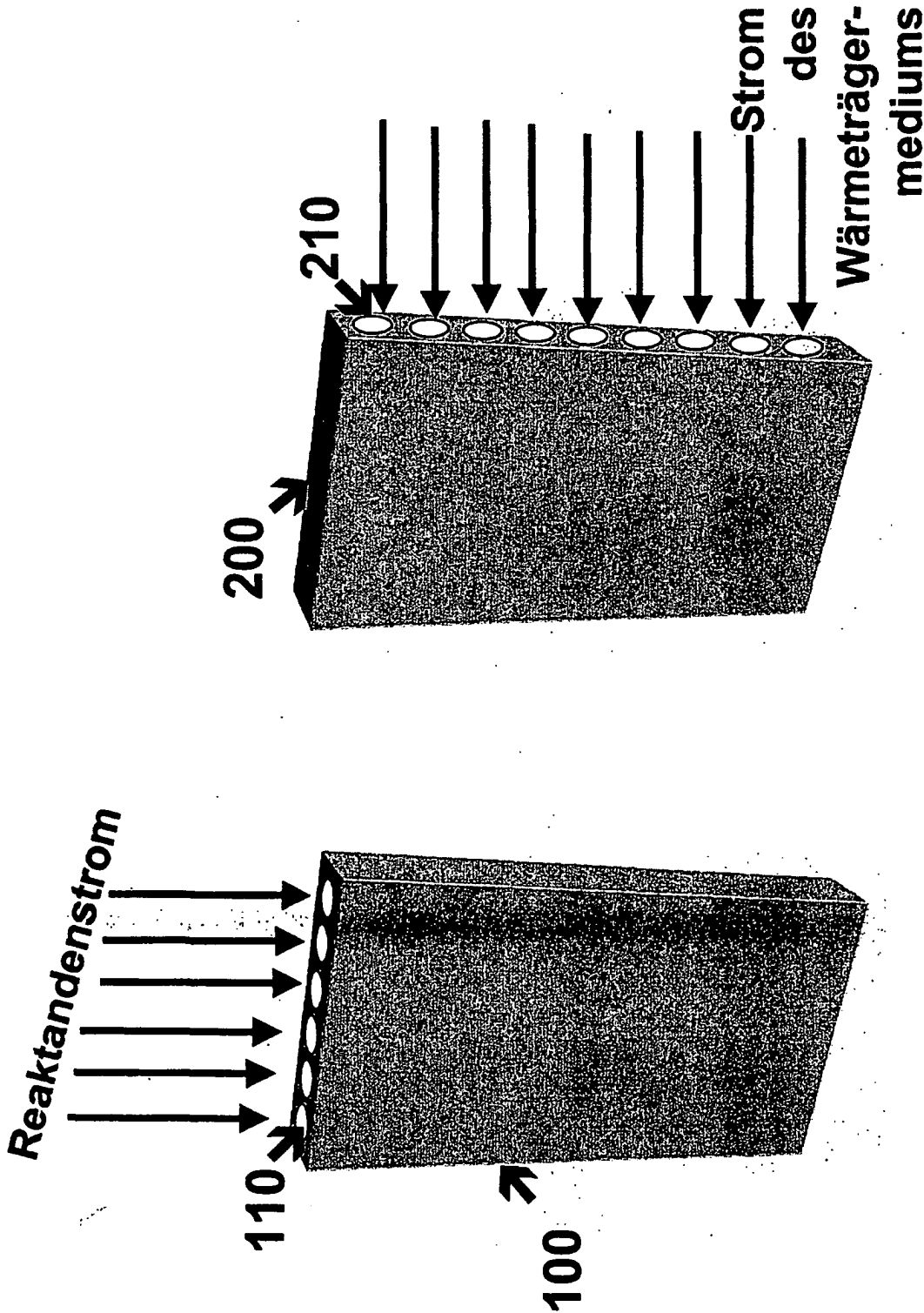


Fig. 2



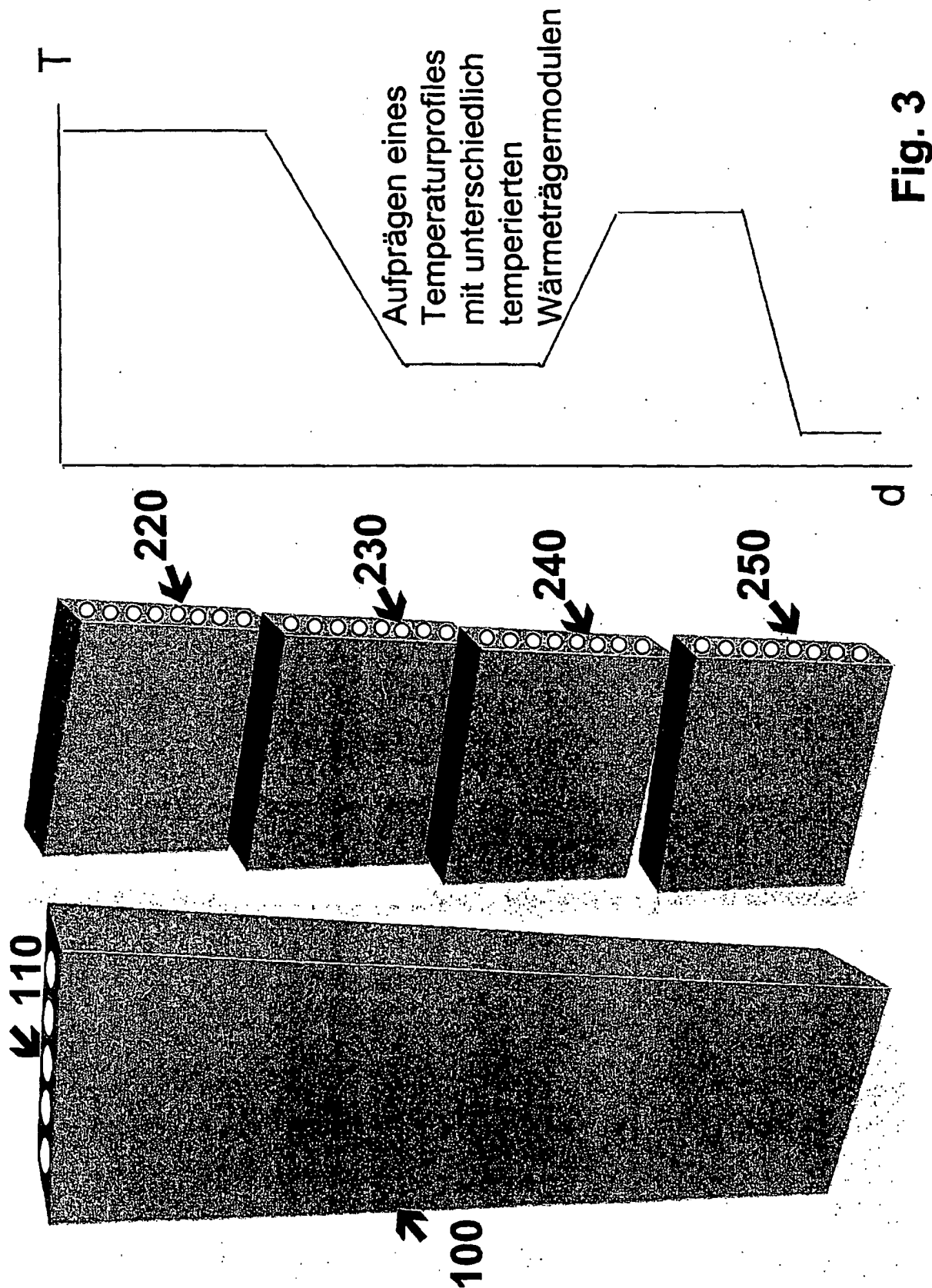


Fig. 4

